

# Pemanfaatan Metode *Flow Injection Analysis* (FIA) untuk Analisa Phosphate pada Konsentrasi *Ultra-trace* dalam Sampel Air

Oleh : Joko Prayitno Susanto <sup>\*)</sup>

## Abstrak

Dalam paper ini akan dilaporkan tentang hasil penelitian analisa ion fosfat pada konsentrasi rendah (*ultra-trace concentration*) yang terkandung dalam sampel air dengan metoda FIA - spektrophotometer. Penelitian ini didasarkan pada reaksi pembentukan ion *associate* (ion gabungan) berwarna antara *molybdophosphate* and *Malachite Green* (MG) serta proses filtrasi ion *associate* pada mikro membran filter (membran filter *cellulose nitrate*, ukuran pori-pori 1.0 mm; ukuran membran 9 mm) yang dilanjutkan dengan proses pelarutan membran filter pada sedikit (1 ml atau kurang) *Methyl Cellosolve* untuk dianalisa dengan menggunakan sistem FIA-Spektrophotometer. Hasil analisa menggunakan metode ini menunjukkan bahwa *absorbance*, *standard deviation* (SD) dan *relative standard deviation* (RSD) dari larutan blanko, masing-masing adalah 0.027, 0.0005 and 1.8%. Grafik kalibrasi yang diperoleh menunjukkan linier pada konsentrasi fosfat antara 0.018 to 1.0 ppb, dengan LOD (*Limit of detection*) hingga 3 ppb.

**Kata kunci :** Analisa *ultra-trace* phosphate, Membran Filter. *Malachite Green*, *Heteropolyacid*, ion *associate*

## 1. PENDAHULUAN

Penentuan kandungan fosfat pada kadar *ultra-trace* (*sub-ppb* atau *ppt*) menjadi sangat penting untuk industri-industri maju seperti industri yang bergerak di bidang produksi semi-konduktor, industri obat-obatan, industri pemasok air murni guna mendukung kedua industri tersebut, maupun bidang-bidang lain yang memerlukan tingkat kebersihan tinggi seperti bidang pengembangan bioteknologi, kedokteran dll.

Untuk analisa fosfat, khususnya untuk analisa pada kadar rendah (*trace element*), saat ini telah dikembangkan instrumen analisa kimia seperti *ICP-mass spectrometer* (ICP-MS) yang dianggap mempunyai tingkat sensitivitas tinggi, tetapi LOD (*Limit of detection*) metoda ini masih cukup tinggi, yaitu hanya berkisar beberapa ppb saja, dan belum bisa menjawab kebutuhan industri-industri di atas. Salah satu cara untuk meningkatkan sensitivitas metoda analisa guna menjawab tantangan tersebut,

adalah melalui penggunaan *pre-concentration method* (metoda pemekatan sampel) yang dapat digabung dengan instrumen-instrumen analisa kimia seperti spektrophotometer, AAS, ion kromatografi, dll.

Dengan detektor spektrophotometer, pembentukan senyawa kompleks asam heteropoli (*heteropoly acid*) maupun bentuk reduksinya, yaitu *Molybdenum Blue*, biasa digunakan untuk analisa fosfat. Hal ini disebabkan senyawa kompleks *heteropoly acid* maupun *Molybdenum Blue* merupakan senyawa berwarna dengan molar absorptivities (*absorptivitas molar*)  $(1-2) \times 10^4 \text{ dm}^3 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ . Dengan molar absorptivities tersebut, fosfat dapat dianalisa pada kadar sub-ppm, tetapi ini masih jauh dari kebutuhan yang diperlukan oleh industri industri modern saat ini.

Salah satu cara untuk meningkatkan sensitivitas metoda spektrophotometer untuk analisa fosfat adalah melalui reaksi pembentukan ion *associate* (ion gabungan) antara senyawa kompleks *heteropolyacid*

<sup>\*)</sup> Penulis adalah staf peneliti pada Kelompok Teknologi Produksi Bersih dan Pencegahan Pencemaran Udara, pada Direktorat Teknologi Lingkungan - Deputi Bidang Teknologi Informatika, Energi, Material dan Lingkungan Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi.

dengan suatu *cationic dye* (kation berwarna) yang memiliki molar absorptivities ( $\epsilon$ ) tinggi,  $9 \times 10^4 \text{ dm}^3 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ . Beberapa *cationic dye* ini antara lain *Malachite Green* (MG), *Ethyl Violet* (EV), dll. Sedangkan dalam bentuk *ion associate* pada panjang gelombang yang sama, molar absorptivities MG menjadi 3 kali lebih besar, yaitu sekitar  $(25\sim 27) \times 10^4 \text{ dm}^3 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ . Dengan molar absorptivities yang cukup tinggi ini fosfat sudah dapat dianalisa hingga kadar beberapa ppb. Untuk meningkatkan sensitivitas, metoda konvensional *solvent extraction* (ekstraksi-pelarut) telah dipublikasikan, namun LOD yang diperoleh pun masih sekitar 0,1 ppb dengan volume sampel sebanyak 50 ml<sup>(3,4)</sup>.

Matsubara dkk., melaporkan hasil pengembangan metoda pemekatan, yaitu dengan menggunakan Membran Filter (MF) untuk mengadsorpsi *ion associate* dan melarutkan kembali MF yang telah mengandung *ion associate* pada pelarut organik, untuk selanjutnya dianalisa dengan menggunakan alat analisa spektrofotometer. Meskipun telah digunakan jumlah volume sampel yang cukup banyak (200 ml), hasil LOD yang diperoleh masih sekitar 0,3 ppm<sup>(5)</sup>.

Baik metoda *Solvent-extraction* maupun metoda absorpsi pada MF, digunakan pelarut-pelarut organik dalam jumlah yang cukup banyak. Dengan semakin ketatnya aturan penggunaan bahan organik, khususnya bahan-bahan yang termasuk kategori B3 (bahan berbahaya dan beracun), penggunaan pelarut organik ini semakin tidak dikehendaki oleh banyak negara, termasuk Indonesia, sebagaimana telah diatur dalam Peraturan Pemerintah Nomor 18 Tahun 1998 yang telah diperbarui beberapa kali dan terakhir Peraturan Pemerintah Nomor 85 Tahun 1999 tentang Pengelolaan B3.

Dengan adanya kendala-kendala tersebut diatas, baik kendala teknis untuk meningkatkan sensitivitas analisa maupun kendala lingkungan karena semakin ketatnya peraturan perundang-undangan yang berlaku, penelitian ini dimaksudkan untuk mengembangkan metoda analisa fosfat khususnya, dan analisa unsur-unsur lain pada umumnya, yang mempunyai tingkat sensitivitas cukup tinggi sehingga dapat digunakan menganalisa kandungan unsur pada level *ultra-trace* yang sangat diperlukan oleh industri-industri modern.

Untuk menghindari penggunaan pelarut organik yang berlebihan, Penulis dkk.<sup>(6,7)</sup>, telah mengembangkan suatu alat *pre-concentration berdasarkan prinsip Flow*

*Injection Analysis* (FIA), dimana sampel cair yang mengandung *ion associate* antara senyawa kompleks *molybdophosphate* atau *heteropolysilicate* dengan MG setelah filtrasi pada mikro Membran Filter ( $\mu\text{MF}$ ) dengan diameter 4~9 mm, dilarutkan ke dalam 1 ml pelarut organik, dan dengan metoda FIA yang dimodifikasi pada penelitian tersebut, hanya dibutuhkan beberapa  $\mu\text{l}$  (mikro liter) sampel untuk analisa. Dengan demikian, 1 ml sampel hasil pelarutan dapat digunakan untuk pengulangan beberapa kali analisa, sehingga dapat untuk menguji tingkat ketepatan (*accuracy*) analisa. Menggunakan metoda dan peralatan yang dikembangkan ini, fosfat dan silikat dapat dianalisa dengan LOD < 0,1 ppb.

Dengan metoda dan alat hasil pengembangan sebelumnya<sup>(6,7)</sup>, pada tulisan ini dilaporkan hasil penelitian analisa fosfat yang mempunyai sensitivitas lebih tinggi. Metoda ini menghasilkan LOD 3 ppt, sehingga diharapkan dapat menjawab tantangan yang diperlukan oleh industri-industri maju di dalam mengontrol baik kualitas bahan maupun produknya.

## 2. BAHAN DAN METODA

### Bahan kimia:

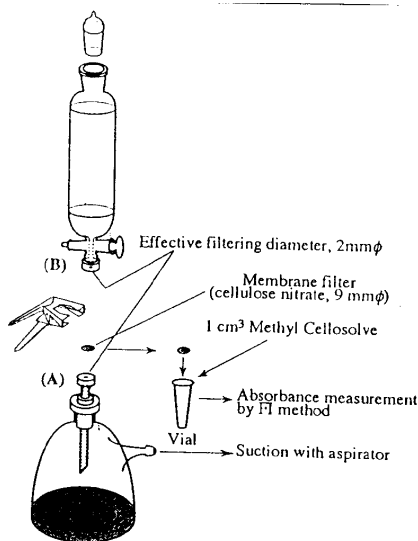
- Larutan Stok fosfat standard dengan konsentrasi  $2,0 \times 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ . Larutan ini dibuat dengan melarutkan 0,2722 gram Potassium dihydrogen fosfat (yang sebelumnya telah dikeringkan pada suhu  $60^\circ\text{C}$  dan tekanan 400 Pa), ke dalam 100 ml air distilasi. Larutan standar yang digunakan untuk kalibrasi dibuat dengan mengencerkan larutan stok dan penambahan asam klorida 0,003 M dalam setiap 100 ml pengenceran.
- Larutan pereaksi campuran Molibdat dengan Malachite Green dengan  $[\text{Mo}]: 0,12 \text{ mol dm}^{-3}$ ,  $[\text{MG}]: 6 \times 10^{-5} \text{ mol dm}^{-3}$ , dan  $[\text{HCl}]: 2,7 \text{ mol dm}^{-3}$ . Larutan ini dibuat dengan melarutkan 2,13 gram Ammonium heptamolybdate,  $(\text{NH}_4)_6(\text{Mo}_7\text{O}_{24}) \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  (produksi Merck) ke dalam beaker glass yang telah berisi 30 ml air distilasi, lalu ditambahkan 24 ml HCl pekat dan 10 ml larutan yang mengandung 0,0028 gram *malachite green oxalate*. Selanjutnya larutan tersebut dipindah ke dalam labu ukuran 100 ml dan diencerkan sampai tanda

batas. Setelah didiamkan selama 12 jam, larutan disaring dengan menggunakan membran filter cellulose nitrate (ukuran pori-pori 0,45  $\mu\text{m}$ ).

- Disamping bahan kimia di atas, dalam analisa ini digunakan bahan-bahan kimia dengan kualitas tinggi (*analytical reagent grade*), serta air distilasi yang diperoleh melalui distilasi ulang terhadap air distilasi dengan menggunakan "*non-boiling type quartz apparatus*".

#### Peralatan :

- Alat *pre-concentration* (pemekat) untuk analisa.



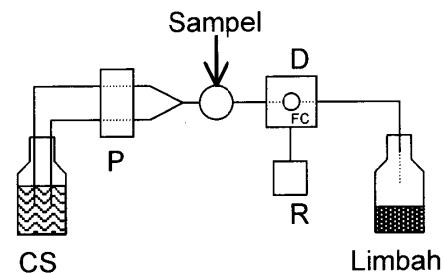
Gambar 1. Alat filtrasi/pemekatan

Alat untuk memekatkan sampel pada metoda filtrasi/penyaringan dengan membran filter ini telah dikembangkan dan dirancang sendiri dalam penelitian ini. Skema alat ini disajikan pada gambar 1. Sebuah penyangga filter yang mempunyai lubang 2 mm, dibuat dari gelas (1.A) dirangkai dengan corong pemisah ukuran 50 ml yang telah dimodifikasi dengan lobang 2 mm (1.B). Proses filtrasi dilakukan dengan menempatkan membran filter berdiameter 9 mm diantara keduanya, filtrasi dilaksanakan menggunakan alat vakum air.

Alat analisa kimia.

Untuk menganalisa phosphat digunakan rangkaian alat yang dikembangkan berdasarkan prinsip-prinsip *Flow Injection Analysis*. Skema alat analisa ini

disajikan pada gambar 2. Pompa mikro yang memiliki penyedot ganda (Produksi Sanuki Kogyo, serf DM2M-1024) digunakan untuk mengalirkan larutan *Methyl Cellosolve* (2-methoxyethanol) sebagai *carrier solution*, dengan kecepatan alir 0,5 ml per menit. Sepersepuluh (0,1) ml sampel selanjutnya diinjeksikan ke dalam sistem ini menggunakan alat sampel otomatis (*Autosampler system instrument, models 23*). Absorbansi larutan diamati pada panjang gelombang 627 nm menggunakan *double-beam UV-vis detektor* yang dirangkai dengan *flow cell* ukuran 10 mm (8ml), dan dicatat pada recorder grafik (TOA Electroniiecs, model FBR-251 A). Dalam rangkaian alat ini, semua bahan dibuat dari bahan *poly (tetrafluoroethylene)* (PTFE) dengan diameter 0,5 mm, panjang dari autosampler hingga *flow cell* adalah 30 cm.



CS : *Carrier Solution*, P : *Pompa*, AS : *Auto Sampler*, D : *Ditektor*, FC : *Flow Cell*

Gambar 2 Skema Diagram Sistem Pengukuran Absorbansi dengan prinsip FIA

- *Clean Bench* (Produksi : Hitachi CCV1301EC).

Semua prosedur analisa dilaksanakan di dalam *Clean Bench* untuk menghindari kontaminasi luar yang berpengaruh terhadap ketepatan data analisa.

#### Prosedur standard:

Masukkan 10 ml ~ 40 ml sampel air yang mengandung orthophosphat ke dalam corong pemisah (gambar 1. B). Tambahkan 1 ml larutan pereaksi campuran Mo-MG untuk setiap 5 ml sampel yang dianalisa, kocok dan diamkan selama 5 menit. Saring larutan tersebut menggunakan alat filtrasi (gambar 1). Setelah penyaringan, cuci membran filter

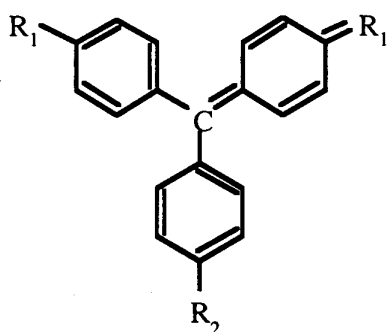
menggunakan air dengan cara melewati 10 ml air melalui membran filter, dan kemudian pindahkan membran filter yang telah menyerap *ion associate* ke dalam tabung kecil (ukuran 1,5 ml) yang terbuat dari bahan *polypropylene* yang sebelumnya telah berisi 1 ml *methyl cellosolve*. Setelah membran filter dan *ion associate* larut sempurna, absorbansi larutan diukur pada panjang gelombang 627 nm menggunakan sistem *flow injection* sebagaimana yang dikembangkan dalam penelitian ini (gambar 2).

### 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

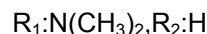
#### Sistem analisa menggunakan prinsip *Flow Injection Analysis* (FIA)

Pada umumnya, analisa kimia dengan membran filter yang menggunakan alat filtrasi, memerlukan membran filter dengan ukuran diameter besar (minimal 25 mm) sehingga pelarut yang diperlukan cukup banyak untuk dapat melarutkannya secara sempurna, baik untuk melarutkan membran filter maupun senyawa yang telah terserap di dalamnya. Selain itu, metoda analisa menggunakan spektropotometer konvensional, memerlukan jumlah sampel yang cukup besar untuk pengukuran absorbansinya, disamping itu kemampuan mendeteksi absorbansi hanya diatas 0,1, juga tingkat reproduksi (pengulangan) yang kurang baik.

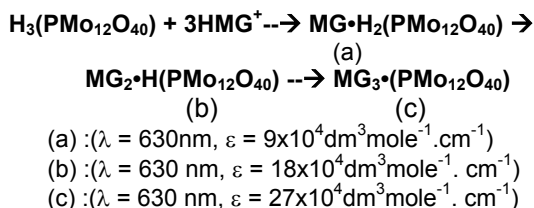
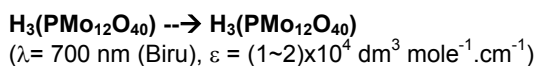
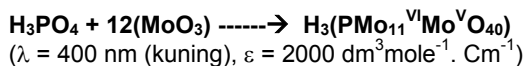
Untuk mengatasi kendala ini, dalam penelitian ini dikembangkan metoda analisa yang hanya memerlukan bahan pelarut seminimal mungkin (setiap analisa kurang lebih hanya 0,1 ml), dapat mendeteksi absorbansi kurang dari 0,1 serta memiliki reproduksi yang cukup baik (gambar 2). Dengan metoda ini, perbedaan pengamatan absorbansi dapat diamati hingga  $10^{-5}$ , *relative standard deviasi* (RSD) terhadap sampel yang mempunyai absorbansi  $5 \times 10^{-4}$  diperoleh 0,5 % (pengulangan 5 kali).



#### Kondisi reaksi pembentukan *ion associate*



#### Struktur Malachite Green (MG)



Untuk mengetahui kesempurnaan penyerapan *ion associate* pada mikro membran filter, telah dilakukan pengamatan terhadap absorptivitas molar hasil pelarutan *ion associate* pada *methyl cellosolve* yang telah terserap pada membran filter. Hasil pengamatan pada panjang gelombang 627 nm menunjukkan bahwa absorptivitas molar *ion associate* ini sama dengan absorptivitas molar yang dilaporkan oleh Matsubara dkk.<sup>(5)</sup> menggunakan metoda filtrasi konvensional, yaitu  $2,7 \times 10^5$  dm<sup>3</sup> mole<sup>-1</sup>. cm<sup>-1</sup>. Hal ini menunjukkan bahwa dengan menggunakan membran filter ukuran lebih kecil, *ion associate* yang terbentuk dari MG dengan molybdophosphate dapat pula diserap secara kuantitatif.

Disamping pengamatan tersebut, untuk memperoleh hasil metoda analisa fosfat yang mempunyai sensitivitas tinggi (LOD rendah), telah dilakukan optimalisasi kondisi reaksi pembentukan *ion associate*, yaitu pengaruh konsentrasi MG, konsentrasi asam klorida, serta konsentrasi molibdat yang digunakan.

Pengaruh konsentrasi MG terhadap metoda analisa telah diamati dengan menggunakan larutan blanko dan larutan sampel yang mengandung  $3 \times 10^{-3}$  M fosfat, sedangkan konsentrasi MG adalah  $(0-1,0) \times 10^{-5}$  mol dm<sup>-3</sup>. Hasil pengamatan menunjukkan bahwa absorbansi larutan blanko maupun sampel bertambah secara linear, dan menjadi konstan pada konsentrasi MG diatas  $7,5 \times 10^{-6}$  M. Peningkatan absorbansi pada konsentrasi  $(0-2,7) \times 10^{-6}$  M diduga karena terbentuknya *ion associate* sebanding dengan jumlah penambahan MG.

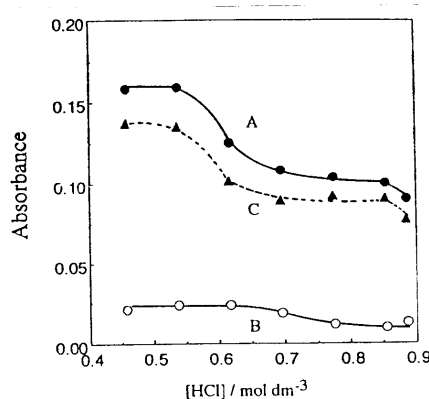
Pembentukan *ion associate* yang terjadi pada larutan blanko diduga karena pada larutan blanko sendiri sudah mengandung fosfat dalam jumlah yang sangat rendah. Sedangkan pada konsentrasi MG di atas  $7,5 \times 10^{-6} \text{ M}$ , absorbansi larutan blanko maupun larutan yang mengandung  $3 \times 10^{-3} \text{ M}$  fosfat menjadi konstan karena reaksi pembentukan *ion associate* ini telah mengalami kejenuhan, dan kelebihan MG tidak mempengaruhi absorbansi.

Pada penelitian ini telah diamati pula pengaruh asam dalam pembentukan *ion associate* ini, khususnya untuk memperkecil absorbansi larutan blanko. Motomizu, dkk.<sup>(2)</sup> telah menggunakan asam sulfat dalam penelitiannya, akan tetapi penggunaan asam ini belum mampu menurunkan absorbansi larutan blanko, sehingga LOD metoda analisa yang dilaporkan masih cukup tinggi. Untuk memperoleh LOD sekecil mungkin, dalam penelitian ini telah dicoba menggunakan asam klorida, dan mencari kondisi optimalnya untuk memperoleh absorbansi larutan blanko sekecil mungkin.

Penggunaan asam ini menjadi sangat penting karena diperlukan untuk terjadinya reaksi protonisasi terhadap *ion associate* yang terbentuk. *Ion associate* terprotonisasi ini akan memberikan absorbansi maksimal dengan absorbansi larutan blanko yang minimal. Hasil penelitian terhadap pengaruh konsentrasi asam klorida disajikan pada gambar 3. Dari gambar tersebut terlihat bahwa terdapat dua kondisi yang menghasilkan absorbansi konstan yaitu pada konsentrasi asam klorida antara  $0,45 \sim 0,55 \text{ M}$  dan  $0,65 \sim 0,85 \text{ M}$ , yang mempunyai perbandingan absorbansi 3:2.

Hal ini dapat diterangkan bahwa perbandingan jumlah MG yang terbentuk pada *ion associate*, yaitu  $(\text{MG}^+)_3(\text{PMo}_{12}\text{O}_{40}^{3-})$  dan  $(\text{MG}^+)_2(\text{HPMo}_{12}\text{O}_{40}^{2-})$ . Untuk menghasilkan metoda analisa yang sensitif, maka diambil konsentrasi MG yang menghasilkan absorbansi maksimal pada larutan sampel dan minimal pada larutan blanko. Karena absorbansi larutan blanko relatif konstan, maka pada penelitian ini konsentrasi asam klorida yang digunakan adalah  $0,45 \text{ mol dm}^{-3}$ .

Untuk menghasilkan metoda analisa yang sensitif, pengaruh Molibdat pada metoda ini juga telah diteliti. Hasil menunjukkan bahwa konsentrasi Mo diatas  $2 \times 10^{-2} \text{ mol dm}^{-3}$  menghasilkan absorbansi yang konstan dan stabil, dalam penelitian ini dipilih konsentrasi Mo  $2 \times 10^{-2} \text{ mol dm}^{-3}$ .



A :  $3 \times 10^{-8} \text{ mol dm}^{-3}$  Phosphat, B : Larutan Blanko, C :

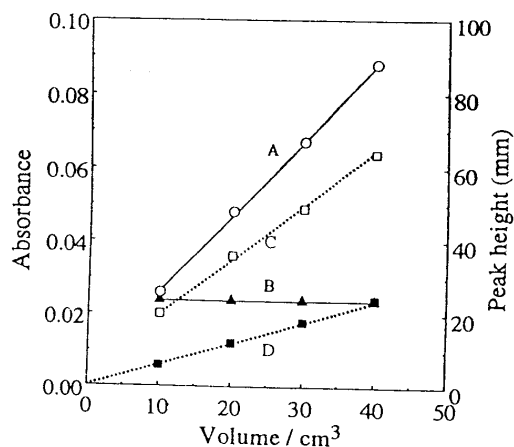
Perbedaan Absorbansi A dan B. Volume yang digunakan :  $20 \text{ ml}$ ,  $[\text{Mo}]: 0.033 \text{ mol dm}^{-3}$ ,  $[\text{MG}]: 1 \times 10^{-8} \text{ mol dm}^{-3}$ .

Gambar3. Pengaruh Konsentrasi Asam Klorida pada Absorbansi Larutan Blanko dan Larutan yang mengandung  $3 \times 10^{-8} \text{ mol dm}^{-3}$  fosfat.

#### Pengaruh kondisi filtrasi.

Metoda penelitian dengan alat filtrasi ini merupakan hasil rekayasa dan pengembangan sendiri. Untuk memperoleh hasil yang optimal telah dilakukan pengujian-pengujian antara lain jenis MF yang digunakan, pemilihan ukuran pori-pori (*pore size*) MF serta volume larutan yang dapat digunakan. Hasil penelitian terhadap 3 jenis MF, yaitu *Cellulose Nitrate*, *Cellulose Acetate* dan *poly(tetra fluoroethylene)*, telah diketahui bahwa MF jenis *Cellulose Nitrate* menghasilkan penyerapan terhadap *ion associate* secara kuantitatif yang lebih baik dibanding dengan MF jenis yang lain.

Pengujian terhadap ukuran pori-pori MF menunjukkan bahwa proses penyerapan *ion associate* ke dalam MF tidak dipengaruhi oleh besar-kecilnya ukuran pori-pori MF. Hal ini menunjukkan bahwa proses penyerapannya tidak tergantung pada ukuran fisik partikel, tetapi disebabkan oleh adanya interaksi kimia antara ion dengan material MF yang digunakan. Meskipun demikian, untuk memperoleh suatu metoda analisa kimia yang baik, tentu faktor waktu juga menjadi pertimbangan. Semakin besar ukuran pori-pori MF yang digunakan, proses filtrasi berlangsung semakin cepat. Berdasarkan kenyataan ini, maka dalam metoda yang dikembangkan penulis dipilih ukuran pori-pori  $1,0 \mu\text{m}$ .



A :  $6 \times 10^{-9}$  M Phosphat, B : larutan Blanko

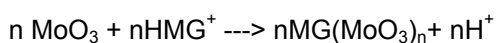
A :  $6 \times 10^{-9}$  M Phosphat, B : larutan Blanko

Gambar 4. Pengaruh Volume terhadap Serapan *Ion Associate* Pada Membran Filter

Pengaruh volume sampel yang digunakan dalam analisa juga telah diteliti dalam analisa ini. Seperti disajikan dalam gambar 4, menunjukkan bahwa dengan konsentrasi fosfat yang sama, penambahan volume berbanding lurus dengan absorbansi yang diperoleh, sedangkan absorbansi larutan blanko tidak terpengaruh dengan penambahan volume larutan. Hal ini memperkuat hipotesa hasil analisa di atas, bahwa secara kuantitatif *ion associate* terserap pada MF yang digunakan. (*Nitro cellulose*)

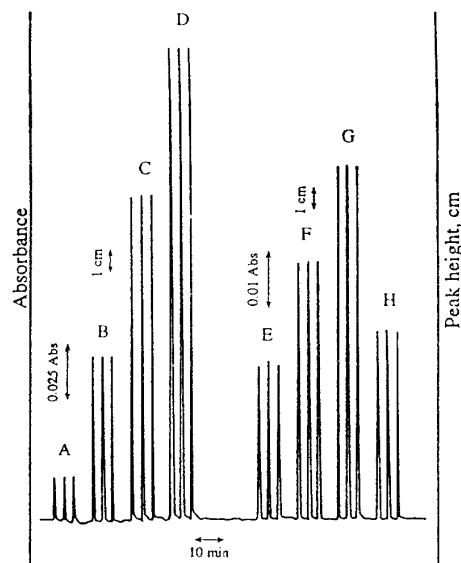
Hasil pada gambar 4 tersebut diatas dapat diterangkan bahwa pada larutan blanko terbentuk *ion associate* antara *isopolymolybdate* dengan MG, dimana ikatan antara *ion associate* pada MF sangat lemah, hal ini menyebabkan jumlah *ion associate* yang terserap pada MF ini tidak kuantitatif. Berbeda dengan larutan sampel yang mengandung fosfat sehingga terbentuk *ion associate* antara *heteropolyphosphate* dengan MG, yang mempunyai serapan cukup kuat pada MF.

Lemahnya ikatan *ion associate isopolymolybdate-MG* pada MF ini menguntungkan, karena dengan demikian dapat diperoleh absorbansi larutan blanko yang rendah sehingga dapat diperoleh LOD yang cukup rendah. Reaksi pembentukan *ion associate isopolymolybdate-MG* tersebut adalah sebagai berikut:



$$(\lambda = 630 \text{ nm}, \epsilon = 27 \times 10^4 \text{ dm}^3 \text{ mole}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1})$$

Grafik Kalibrasi Standard dan *Detection Limit*



(Phosphor) / (ppt) : A dan E, 0; B : 370; C, 740; D, 1110; F, 62; G, 124; H, 18. [MG] :  $1 \times 10^{-5}$  M; [Mo] : 0,02 M; [HCl] : 0,46 M.

Gambar 5. Contoh Signal untuk Grafik Kalibrasi Standard

Grafik kalibrasi standard telah dibuat dengan menggunakan larutan yang mengandung fosfat sebanyak 40 ml. Gambar 5, adalah contoh signal yang diperoleh untuk membuat grafik kalibrasi ini. Absorbansi yang dihasilkan oleh larutan blanko adalah 0,025. Dengan asumsi bahwa *detection limit* metoda diperoleh dari ekstrapolasi 2 x absorbansi larutan blanko pada grafik kalibrasi standard, maka diperoleh nilai  $1 \times 10^{-10} \text{ mol dm}^{-3}$  fosfat atau 3 ppt.

### Pengaruh unsur-unsur lain pada metoda analisa

Pengaruh unsur-unsur lain terhadap akurasi analisa ini dapat dilihat pada tabel 1. Pengaruh ion-ion Arsen (V), Silikat, Vanadat (V), Germanium (IV) yang berpotensi mempengaruhi reaksi pembentukan senyawa *heteropolyphosphate* maupun pembentukan *ion associate* telah diteliti. Hasil menunjukkan bahwa Arsen (V) memberikan pengaruh positif (menaikkan absorbansi), sebab Arsen dapat membentuk *heteropolyarsenate*, yang dapat menghasilkan *ion associate heteropolyarsenate-MG* yang akan secara

bersama-sama dengan *heteropolyphosphate*-MG terserap pada MF. Demikian pula dengan Silikat, Vanadat (V), Germanium (IV). Akan tetapi, dengan kondisi reaksi yang dihasilkan melalui penelitian ini, pengaruh unsur-unsur ini pada konsentrasi tertentu praktis tidak mempengaruhi akurasi hasil analisa fosfat (tabel 1).

Tabel 1. Pengaruh unsur-unsur lain.

Penambahan ion/senyawa	Konsentrasi* maksimum (mol dm <sup>-3</sup> )	Kesalahan analisa (%)
ClO <sub>4</sub> <sup>-</sup> / NaClO <sub>4</sub>	3 x 10 <sup>-3</sup>	+ 1,0
Na <sup>+</sup> / NaCl	3 x 10 <sup>-4</sup>	+ 0,5
LS <sup>#</sup> / sebagai garam natrium	3 x 10 <sup>-5</sup>	+ 1,0
Si <sup>IV</sup> / Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub>	3 x 10 <sup>-7</sup>	+ 5,0
	3 x 10 <sup>-8</sup>	+ 0,9
V <sup>V</sup> / NH <sub>4</sub> VO <sub>4</sub>	3 x 10 <sup>-7</sup>	- 0,9
Ge <sup>IV</sup> / GeO <sub>2</sub>	3 x 10 <sup>-8</sup>	+ 3,5
As <sup>V</sup> / Na <sub>2</sub> HAsO <sub>4</sub>	3 x 10 <sup>-9</sup>	+ 8,0

Keterangan :

" :Konsentrasi fosfat yang digunakan  
3x10<sup>-8</sup> mol dm<sup>-3</sup>

# :Lauryl Sulfat (dodecylsulfat)

#### Hasil Analisa Fosfat pada Beberapa Sampel Air Murni.

Pada tabel 2, disajikan hasil analisa fosfat yang terkandung dalam beberapa sampel air murni.

Hasil pengamatan terhadap larutan blanko yang dibuat dari beberapa jenis air murni di atas menunjukkan bahwa *redistilled water* memberikan absorbansi yang terendah. Dengan hasil ini, maka untuk penelitian-- penelitian selanjutnya digunakan *redistilled water* sebagai pelarut. Dengan hasil analisa ini, maka metoda yang dikembangkan dapat dikatakan sebagai metoda yang sangat sensitif karena dapat menganalisa phosphor pada kandungan sangat rendah atau *ultra-trace*.

Tabel 2. Hasil Analisa Fosfat pada beberapa Sampel Air Murni.

Jenis Sampel	Absorbansi	Tinggi signal (mm)	Kandungan Phosphor (ppt)
<i>Redistilled water</i> <sup>a</sup>	0,0258	65,0	-
<i>Distilled water</i> <sup>b</sup>	0,0283	70,2	5,0
<i>Milli Q water</i> <sup>c</sup>	0,0542	135,2	76,0
<i>De-ionized water</i>	0,0589	139,9	90,0

Keterangan:

- Redistilled water* : air yang diperoleh melalui proses de-ionisasi dan distilasi dengan menggunakan peralatan pemurnian air "*nonboiling type quartz apparatus*".
- Distilled water* : air yang diperoleh melalui proses de-ionisasi dan distilasi tanpa menggunakan peralatan pemurnian air "*non-boiling type quartz apparatus*".
- Milli Q* : air yang diperoleh melalui proses de-ionisasi dan distilasi yang diikuti dengan proses pemurnian melalui peralatan *Milli Q (Milli Q Laboratory)*.

#### DAFTAR PUSTAKA

- K. Itaya dan M. Ui, *Anal, Chim. Acta*, **14**, 361(1966)
- S. Motomizu, T. Wakimoto dan K. Toei, *Analyst* (London), **108**, 361 (1983)
- S. Motomizu, T. Wakimoto dan K. Toei, *Clin. Chim. Acta*, **138**, 329 (1982)
- S. Motomizu, T. Wakimoto dan K. Toei, *Talanta*, **31**, 235(1984)
- C. Matsubara, Y. Yamamoto dan K. Takamura, *Analyst* (London), **112**, 1257 (1987)
- Joko P. Susanto, Mitsuko Oshima, Shoji Motomizu, Hiroshi Mikasa dan Yoshikazu, *Analyst*, **120**, 187(1995)
- Joko P. Susanto, Mitsuko Oshima dan Shoji Motomizu, *Analyst*, **120**, 2605 (1995)
- S. Motomizu, M. Oshima, *Analyst* (London), **112**, 295(1987)